



L'organisme  
scientifique français  
spécialisé en  
agronomie tropicale

## **RAPPORT DE MISSION AU CAMBODGE**

**Appui technique au laboratoire de l'I.R.C.C.**

**3<sup>ème</sup> Rapport intermédiaire**

**du 3 au 14 décembre 2000**

**S. PALU  
CIRAD-CP  
Programme Hévée**

**Doc CP SIC n°1324**

## SOMMAIRE

I - INTRODUCTION.....	2
II - EVALUATION DES PROGRES REALISES PAR LE LABORATOIRE DE L'IRCC ..	3
II. 1 - Equipement et fonctionnement du laboratoire.....	3
II. 2 - Résultats des essais interlaboratoires de novembre et de décembre 2000.....	3
III - PROTOCOLES EXPERIMENTAUX ET RESULTATS .....	6
III. 1 - Amélioration du contrôle de la teneur en impuretés (ISO 249) .....	6
III. 2 - Contrôle de la plasticité initiale (ISO 2007).....	8
III. 3 - Contrôle de la teneur en azote (ISO 1656) .....	11
III. 4 - Résultats des protocoles expérimentaux spécifiés dans le rapport de mission d'octobre 2000 .....	11
IV - COMPTE RENDU DE REUNIONS.....	11
IV. 1 - Réunion avec le Directeur de l'IRCC, le Dr. Yin Song.....	11
IV. 2 - Visite à l'ITC.....	13
V- CONCLUSION.....	14
ABREVIATIONS .....	16
ANNEXES .....	17
Annexe 1 : Chronologie de la mission, plan de travail .....	18
Annexe 2 : Résultats interlaboratoires IRCC/CIRAD .....	21
Annexe 3 : Protocoles et résultats expérimentaux sur l'effet du type de peptisant.....	24
Annexe 4 : Protocoles et résultats expérimentaux sur la plasticité.....	29
Annexe 5 : Protocoles et résultats expérimentaux sur le catalyseur de minéralisation.....	37
Annexe 6 : Protocoles et résultats expérimentaux sur l'effet homogénéisation .....	40
Annexe 7: Certificats de spécification de lots de caoutchouc naturel.....	42
Statistiques de production de caoutchouc naturel au Cambodge	

## **I - INTRODUCTION**

Le Ministère des Affaires Etrangères s'est investi depuis 1994 dans un appui à la relance de l'Hévéaculture Cambodgienne. Ses interventions se sont focalisées sur la mise en place des premières infrastructures végétales, un soutien au laboratoire de spécification et la formation du personnel de l'Institut de Recherches sur le Caoutchouc au Cambodge (IRCC).

Malgré le fait que l'IRCC commence à jouer un rôle non négligeable au sein des activités de recherche développement, en particulier, dans le domaine de l'hévéaculture villageoise, il ressort que cette fonction reste encore fragile. C'est pourquoi le Ministère des Affaires Etrangères a décidé d'apporter son soutien financier à un programme d'appui à l'IRCC dans le domaine de l'agronomie et de la technologie pour la période 2000 – 2001.

Cette mission rentre dans le cadre d'un appui au laboratoire de spécification et se situe dans la continuité des actions déjà entreprises en 1999-2000 grâce au financement du Ministère des Affaires Etrangères. Rappelons que l'objectif prioritaire reste l'accréditation du laboratoire de spécification de l'IRCC auprès de l'International Rubber Association (IRA).

Les termes de référence de cette mission sont définis ci-dessous :

- Faire le point sur les derniers essais interlaboratoires entre l'IRCC et le CIRAD en mettant en évidence l'évolution des critères d'exactitude et de précision définis par F. Bonfils lors de la mission d'octobre 2000 ;
- Améliorer le suivi de la procédure sur la mesure des impuretés en contrôlant l'effet du type de peptisant et en améliorant les conditions de chauffage (temps et température) pour la mise en solution et la filtration au travers des tamis ;
- Contrôler l'influence de la force d'étalonnage du plastomètre Wallace avec un poids étalon pour abaisser si possible les plasticités mesurées avec le plastomètre de l'IRCC qui sont toujours supérieures de 2-3 points à celles trouvées par le laboratoire du CIRAD ;
- Poursuivre les protocoles d'essais proposés lors de la mission d'octobre sur le taux d'azote, l'influence des conditions d'homogénéisation ISO ou SMR, et sur le grammage du papier utilisé pour la mesure de la plasticité.

Le plan de travail proposé au tableau I en annexe 1 a été suivi lors de cette mission.

La priorité recherchée par les experts du CIRAD est de préparer l'IRCC à démarrer en septembre 2001, les essais interlaboratoires avec l'IRA en Malaisie. L'objectif final sera l'accréditation au niveau international en 2002. Ceci devra permettre une reconnaissance de l'IRCC au plan national par les sociétés de plantations cambodgiennes. L'établissement d'un certificat officiel de spécification reconnu au niveau international pour les grades standards de TSR cambodgien devrait être une étape importante dans la valorisation du caoutchouc naturel cambodgien.

## **II – EVALUATION DES PROGRES REALISES PAR LE LABORATOIRE DE L'IRCC**

### **II. 1 - Equipement et fonctionnement du laboratoire**

Le laboratoire de l'IRCC dispose des installations nécessaires aux analyses suivantes en accord avec la norme ISO 2000 :

- homogénéisation des échantillons selon ISO 1795 ou SMR 7 ;
- détermination de la teneur en cendres selon ISO 247 ;
- détermination de la teneur en matières volatiles selon ISO 248 ;
- détermination de la teneur en impuretés selon ISO 249 ;
- détermination de la teneur en azote par la méthode de Kjeldahl selon ISO 1656 ;
- détermination de la plasticité initiale selon ISO 2007 ;
- détermination de l'indice de rétention de plasticité selon ISO 2930 ;
- détermination de l'indice de couleur selon ISO 4660 ;
- le laboratoire n'est pas encore en mesure de déterminer la consistance Mooney selon ISO 289 (difficultés rencontrées pour l'étalonnage de l'appareil) .

Lors de la mission en décembre 2000, S. Palu a constaté que les équipements disponibles au laboratoire de l'IRCC sont toujours en bon état de fonctionnement.

Les équipements achetés ou envoyés en réparation comme suggéré dans le rapport de mission de juillet 2000 sont les suivants :

- une balance de pesée maximale de 2 kg pour peser les échantillons de 300g lors de l'opération d'homogénéisation. Cette balance, modèle ISHIDA SHINKO, remplace la balance SARTORIUS dont la pesée était fautive ;
- deux plaques chauffantes (20x20) avec contrôle de température plus rapide et plus fiable ;
- achat d'un chariot pour disposer les échantillons avant et après homogénéisation ;
- envoi des deux plastomètres Wallace P14 chez le constructeur Wallace ;
- cloches de refroidissement des échantillons équipées d'un robinet d'air pour faciliter l'ouverture à froid avant la pesée des filtres et des creusets ;
- branchement du deuxième four à cendres, modèle Thermolydine.

Le viscosimètre Mooney MIE ne fonctionne pas car il reste encore à étalonner cet appareil. Ce n'est pas à ce stade une priorité majeure tant que les usines cambodgiennes ne produisent pas de caoutchouc à viscosité stabilisée (TSR 5 60CV) qui nécessiterait le contrôle de la viscosité Mooney.

Les deux responsables du laboratoire, M. Chhe Pitou et Hun Kim San, montrent qu'ils peuvent coordonner les activités du laboratoire de spécification et appliquer les instructions données par les experts du CIRAD. Ils sont cependant limités pour prendre des initiatives à caractère plus scientifique comme la mise en place de protocoles expérimentaux.

### **II. 2 - Résultats des essais interlaboratoires de novembre et de décembre 2000**

Dans le rapport de mission d'octobre, F. Bonfils a expliqué les notions d'exactitude et de précision contrôlées par le calcul statistique de l'écart-type et le t-test sur la moyenne des échantillons paires.

Pour évaluer la précision, on tient compte des essais interlaboratoires internationaux de septembre 1999 (83st Round Robin Crosscheck). L'indicateur de la précision utilisé est l'écart-type donné au tableau II. Si l'écart-type obtenu par l'IRCC est inférieur ou égal à celui donné au

tableau II, la précision est considérée comme « OK » (1 point), s'il est supérieur à celui donné au tableau II la précision est considérée comme pas « OK » (0 point).

**Tableau II :** Moyenne des écart-types moyens de chaque laboratoire du 83ième Round Robin Crosscheck de l' IRA (Septembre 2000)

Echantillons	Impuretés	Po	P30	PRI	VM	Azote	Cendres	Couleur
Moyenne Ecart-types	0,0046	0,570	0,534	2,000	0,0180	0,0090	0,015	0,05

Pour évaluer l'exactitude, on compare les moyennes obtenues par les deux laboratoires en utilisant le test statistique du t-test sur échantillons pairés dans le logiciel Excel. S'il n'y a pas de différence significative, l'exactitude est « OK » (1 point), si la différence est significative, l'exactitude n'est pas « OK » (0 point). Les deux types d'échantillons sont jugés séparément (0,5 point pour chacun).

On donne au tableau III, les résultats de l'interprétation des progrès du laboratoire de l'IRCC en matière d'exactitude et de précision contrôlés à partir des résultats inter-laboratoires entre l'IRCC et le CIRAD en novembre et décembre 2000 (tableaux IV et V à l'annexe 2). Pour les essais interlaboratoires de novembre et de décembre 2000, on observe une faible progression sur l'exactitude.

Pour la précision le total obtenu en décembre est le meilleur depuis le début des essais interlaboratoires.

Pour le contrôle des impuretés, les résultats sur la précision sont constants, mais il n'y a eu aucun progrès sur l'exactitude.

Pour la plasticité avant et après vieillissement, la difficulté d'étalonnage du plastomètre Wallace ne permet pas de progresser tant qu'on n'aura pas corrigé l'écart entre les deux laboratoires.

Pour les autres tests, on observe une variation mensuelle normale entre deux laboratoires. On doit noter pour décembre une probable inversion des échantillons pour l'analyse de l'azote.

Ces résultats démontrent que le laboratoire de l'IRCC fait des progrès sur le critère « précision », mais qu'en revanche il progresse plus difficilement sur le critère « exactitude ». Il est difficile pour le laboratoire de l'IRCC de progresser à un rythme rapide. Les essais interlaboratoires vont continuer tous les mois jusqu'en juin 2001 pour aider le laboratoire de l'IRCC à contrôler la dérive et améliorer l'exactitude et la précision des résultats.



**Tableau III : Progression de l' IRCC pour les essais interlaboratoires avec le CIRAD**

Propriétés	Mai 2000		Juillet 2000		Septembre 2000		Octobre 2000		Novembre 2000		Décembre 2000	
	Exactitude	Précision	Exactitude	Précision	Exactitude	Précision	Exactitude	Précision	Exactitude	Précision	Exactitude	Précision
<b>Impuretés</b>	Pas OK	OK	Pas OK	OK	Pas OK	OK	Pas OK	OK	OK	OK	Pas OK	OK
<b>Po</b>	Pas OK	Pas OK	Pas OK	Pas OK	1 série OK 1 série pas OK	Pas OK	Pas OK	Pas OK	Pas OK	OK	Pas OK	1 Pas OK 1 OK
<b>P30</b>	Pas OK	Pas OK	Pas OK	Pas OK	Pas OK	OK	Pas OK	Pas OK	Pas OK	1 série OK 1 série pas OK	Pas OK	1 Pas OK 1 OK
<b>PRI</b>	OK	Pas OK	OK	Pas OK	Pas OK	1 série OK 1 série pas OK	1 série OK 1 série pas OK	Pas OK	Pas OK	1 série OK 1 série pas OK	Pas OK	OK
<b>Matières Volatiles</b>	Pas OK	OK	-	OK	Pas OK	OK	Pas OK	1 série OK 1 série pas OK	1 série OK 1 série pas OK	Pas OK	-	OK
<b>Azote</b>	OK	OK	-	OK	OK	Pas OK	OK	OK	-	-	Pas OK	Pas OK
<b>Cendres</b>	Pas OK	Pas OK	Pas OK	OK	1 série OK 1 série pas OK	OK	1 série OK 1 série pas OK	OK	Pas OK	Pas OK	Pas OK	OK
<b>Couleur</b>	OK	OK	-	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK
<b>Note/8</b>	3	4	1	5	3	5,5	3	4,5	2,5	4,0	1,0	6,0
<b>Note/16</b>	7		6		8,5		7,5		6,5		7,0	

### **III – PROTOCOLES EXPERIMENTAUX ET RESULTATS**

On donne dans les annexes 3 à 6, les résultats obtenus par l'IRCC pendant cette mission pour les protocoles expérimentaux suivants :

- étude comparative des deux peptisants KEMPEP 88 et PEPTON 22 ;
- étude de l'influence sur la plasticité Wallace du grammage du papier à cigarette ;
- étude comparative des deux systèmes de minéralisation pour le dosage de l'azote ;
- évolution du Po, PRI et des matières volatiles en fonction du nombre de passes et de la température d'homogénéisation ;

#### **III. 1 - Amélioration du contrôle de la teneur en impuretés (ISO 249)**

Au cours des missions antérieures, il est apparu que la mise en solution du caoutchouc à chaud dans du kérosène avec un peptisant ne se faisait pas dans les conditions recommandées par la norme et par le laboratoire de Montpellier. Des améliorations étaient nécessaires pour obtenir des résultats plus homogènes et précis, surtout en éliminant la présence de gel qui fausse le résultat de la teneur en impuretés.

##### ***III. 1. 1.- Type de solvant :***

Pour la mise en solution du caoutchouc, le laboratoire de l'IRCC utilise comme solvant du kérosène bon marché acheté 0,30 \$US/litre. Les caractéristiques techniques ne sont toujours pas connues. Le laboratoire du CIRAD utilise comme solvant du White Spirit de grade technique acheté 6 \$US pour 5 litres. L'IRCC achète le White Spirit 17 \$US pour 5 litres, ce qui est beaucoup trop cher pour recommander l'utilisation du White Spirit pour toutes les analyses. Lors des essais interlaboratoires de novembre 2000, l'IRCC a utilisé du White Spirit comme suggéré. Si on contrôle bien la température de chauffage, avec une concentration en peptisant approprié, le kérosène est un solvant acceptable. Une étude comparative entre ces deux solvants n'a pas montré une supériorité évidente du White Spirit par rapport au kérosène (résultats de l'IRCC). Il serait cependant souhaitable de continuer à faire les essais inter-laboratoires en utilisant du White Spirit technique et non pas pour analyse comme solvant de référence.

##### ***III. 1.2.- Equipement de chauffage :***

Pour faire la mise en solution à chaud, le laboratoire de l'IRCC utilise soit une grande plaque chauffante (le rhéostat du milieu ne marche plus), soit deux nouvelles petites plaques achetées depuis la mission de juillet 2000. Le réglage de ces deux plaques et la montée en température est plus rapide. On donne au tableau VI en annexe 3, la cartographie des températures des petites plaques chauffantes. L'obtention d'une température constante en tous les points de la plaque est important à connaître pour éviter les risques de surchauffe des récipients qui induit à la formation de gel. Pour information, le CIRAD utilise une plaque chauffante (55 x 40 cm) avec une température qui ne dépasse jamais 130°C, et qui permet de préparer des solutions prêtes à filtrer après 2 heures de chauffage. Cette méthode doit être applicable à l'IRCC avec les deux nouvelles petites plaques chauffantes. Il faut placer les petites plaques chauffantes sous la hotte de minéralisation du test d'azote, ou de la carbonisation du caoutchouc pour le test des cendres. L'extincteur de service en cas de feu est maintenant à proximité de la hotte et non plus dans la pièce voisine comme recommandé dans le rapport de juillet 2000.

### ***III. 1. 3.- Influence du peptisant :***

Le laboratoire de l'IRCC utilise l'agent peptisant, Kempep 88, tandis que le laboratoire du CIRAD utilise le Pepton 22. Le CIRAD a suggéré la mise en place d'un protocole d'essais pour comparer l'efficacité du Kempep 88 et du Pepton 22. Deux essais ont été mis en place durant la mission de décembre. Les essais ont été faits dans les conditions suivantes :

- même échantillon de départ partagé en 18 prises d'essais (échantillon inter-laboratoires série A) ;
- utilisation des nouvelles plaques chauffantes avec une meilleure régulation thermique. La cartographie des températures des plaques est donnée au tableau VI, annexe 3 ;
- utilisation de kérosène comme solvant avec addition de 1ml de Kempep 88 ou 1 gramme de Pepton 22 ;
- chauffage à une température toujours inférieure à 130°C;
- contrôle au thermomètre de chaque solution ;
- temps de chauffage variable en fonction de la limpidité de la solution (entre 3 et 4 heures);
- contrôle de la vitesse de filtration (inférieure à 30 secondes/erlenmeyer).

Lors du premier essai, on s'est aperçu que la température de chauffage des deux nouvelles plaques n'était pas identique, la plaque A étant plus chaude que la plaque B. On a relevé des températures de la solution de caoutchouc dans l'erlenmeyers allant de 120 à 140°C. On a observé un chauffage inégal confirmé par la cartographie des plaques chauffantes au tableau VI. La filtration des solutions de caoutchouc après 3 heures de chauffage, n'ayant pas pu être faite dans les conditions prévues au protocole expérimental à cause du mauvais contrôle du chauffage des solutions, il a été décidé de recommencer l'expérience en suivant strictement le protocole expérimental.

On a recommencé le même essai en utilisant cette fois-ci la grande plaque mais en contrôlant dès le début la température des solutions, et en évitant que la température des solutions soit supérieure à la limite de 130°C. On donne au tableau VII en annexe 3, les températures des solutions relevées en fonction du temps de chauffage. Pour éviter l'effet de surcharge en un point de la plaque, on a changé la position des erlenmeyers sur la plaque. Toutes les solutions ont filtré en moins de 30 secondes. Les résultats trouvés sont donnés au tableau VIII en annexe 3 et amènent aux conclusions suivantes :

- il est possible de filtrer les solutions en moins de 30 secondes, sans gel, après 3 heures de chauffage ou moins, quelque soit le type de peptisant;
- alors que visuellement lors de la mise en solution et lors de la filtration, on n'observe pas de différence de mise en solution, l'analyse statistique montre cependant que les variances sont inégales et que les moyennes sont différentes. On a trouvé des teneurs en impuretés plus élevées avec le Pepton 22.
- le contrôle des tamis des filtres à la loupe binoculaire n'a pas mis en évidence la présence de gel.

### ***III. 1. 4.- Recommandations :***

On n'a pas pu prouver statistiquement la supériorité de l'un ou l'autre peptisant. Le laboratoire de l'IRCC peut continuer à utiliser le Kempep 88. M. Chhe Pitou a indiqué que le laboratoire de l'usine de Chup utilise un autre type de peptisant, appelé cyclisant en poudre. On suggère de refaire l'essai sur l'influence du type de peptisant en utilisant aussi celui du laboratoire de contrôle de l'usine de Chup.



L'opérateur met au maximum 20 récipients sur la grande plaque toujours utilisée, sauf sur la partie centrale car le rhéostat du centre ne fonctionne plus, et 9 échantillons sur une petite plaque. La recommandation faite en juillet de limiter le nombre d'ermenmeyers à 18-24 sur la grande plaque a été suivie. L'opérateur utilise un temps de chauffage de 3-4 heures avec une température de chauffage supérieure à 130°. Auparavant, en montant la température, l'opérateur diminuait le temps de chauffage, mais on était à la limite de la température d'ébullition du solvant (160°C). La mesure de la température des solutions n'est pas faite systématiquement par l'opérateur. On demande qu'un contrôle OBLIGATOIRE de la température soit fait toutes les 30 minutes et enregistré par l'opérateur sur une fiche de contrôle comme celle donnée au tableau VIII, en annexe 3. Il faut toujours chercher à rester au dessous de la température de 130°C. On a montré qu'il est possible de filtrer des solutions en moins de 30 secondes, en chauffant quelque soit la plaque en 3 heures ou même moins.

On a remarqué qu'un seul des trois opérateurs est capable de juger de la fluidité des solutions par le test de la baguette de verre et qu'il a bien saisi qu'une bonne mise en solution se traduit par une filtration rapide. Cette même opératrice a d'ailleurs remarqué que la mise en solution de caoutchouc de fonds de tasse (TSR 10) est plus longue. On suggère que l'opératrice qui semble bien maîtriser la mise en solution par chauffage et la filtration sur tamis fasse la mesure des impuretés lors des essais interlaboratoires.

Au cours de ces essais, les opérateurs ont appris à manipuler la seringue fournie par le CIRAD pour rassembler, par un jet de solvant chaud et non plus froid comme auparavant, les impuretés qui restent coller à la paroi du récipient et qui doivent être obligatoirement récupérées sur le filtre.

Il faut que l'opérateur qui fait la pesée des tamis inspecte OBLIGATOIREMENT à la loupe binoculaire la toile des tamis pour vérifier si les valeurs élevées trouvées sont dues au gel ou à de grosses impuretés.

### **III. 2. - Contrôle de la plasticité initiale (ISO 2007)**

Lors des essais interlaboratoires entre l'IRCC et le laboratoire de technologie du caoutchouc de Montpellier, il apparaît toujours une différence de 2 à 3 points de plasticité Wallace sur les échantillons caractérisés par une plasticité élevée (>40).

Pour éliminer cet écart entre les deux laboratoires, il a été décidé de vérifier plusieurs paramètres qui pourraient être à l'origine de cette différence :

- les conditions de l'homogénéisation ;
- la texture ou grammage du papier cigarette utilisé pour l'essai ;
- l'étalonnage de l'appareil Wallace MKIV/P12 ;
- l'utilisation d'un nouveau plastomètre comme le MKV/P14.

Les conditions de mélangeage ont été déjà vérifiées et sont considérées comme non responsables de l'écart comme cela a été montré dans les rapports de missions antérieures.

### **III. 2. 1.- Equipement :**

Le laboratoire de l'IRCC est actuellement équipé d'un seul plastomètre Wallace en état de fonctionnement, un MK IV/P12E. Un seul appareil en état de marche dans un laboratoire de contrôle du caoutchouc ne suffit pas, car il y a le risque de panne imprévisible. Un des responsables du laboratoire a indiqué qu'il n'osait pas toucher à l'étalonnage du plastomètre par crainte que le plastomètre disponible à l'IRCC tombe en panne. Pour remédier à cette situation, l'IRCC a acheté en Malaisie, deux plastomètres neufs, modèle Wallace MK V/P14. Ils ont fonctionné jusqu'en mai 2000, puis sont tombés en panne pour des raisons encore mal définies. Dans son rapport de juillet, l'expert CIRAD a demandé d'envoyer les 2 plastomètres Wallace P14 en réparation chez le constructeur Wallace. Le CIRAD (S. Palu) a eu confirmation le 31/1/2001, que les deux plastomètres Wallace P14 ont été expédiés en Malaisie fin janvier /mi février 2001.

### **III. 2. 2.- Protocole d'essais :**

#### Essai sur le grammage du papier :

En accord avec les recommandations du rapport de mission d'octobre 2000 de F. Bonfils, l'IRCC a mesuré l'influence du grammage du papier à cigarette TST utilisé par les deux laboratoires et celle de l'étalonnage de la force de compression du plastomètre Wallace. Les résultats sont donnés au tableau IX, annexe 4.

On observe bien une différence significative entre le type de papier à cigarette utilisé par les deux laboratoires dans le cas d'un échantillon dont la plasticité initiale Wallace est supérieure à 45.

Le grammage du papier serait responsable d'un écart de 1 à 1,2 points entre les valeurs de plasticité trouvées par les deux laboratoires.

#### Essai sur l'étalonnage du plastomètre :

On a cherché à corriger l'écart entre les deux laboratoires en modifiant légèrement l'étalonnage de l'appareil MKIV/P12 du laboratoire de l'IRCC. Un technicien de Wallace avait indiqué que l'étalonnage du plastomètre pouvait avoir une influence sur la valeur de la plasticité mesurée.

Le constructeur Wallace recommande d'utiliser pour l'étalonnage d'un plastomètre MKIV/P12, un poids de 10 Kg $\pm$ 10 g et de suivre la procédure d'étalonnage donnée en annexe 4, pour régler la valeur digitale d'étalonnage dans une plage fixée entre 45-55 par le constructeur de l'appareil. L'expert du CIRAD a contacté avant cette mission, le constructeur Wallace pour s'assurer qu'en faisant varier la force de compression appliquée à l'échantillon entre les deux plateaux, il était possible de baisser ou de monter la valeur de plasticité. En se plaçant en dessous de la valeur d'étalonnage de 45, le constructeur a confirmé qu'on pouvait monter la force de compression et donc réduire la valeur de plasticité lue, et vice versa.

Dans un premier temps, il était indispensable de connaître le poids exact de l'étalon du plastomètre Wallace du laboratoire de l'IRCC. Pour cela, on a contacté l'ITC (M. Durand-Carrier et Mme Tea Channy) qui nous ont aidé à contrôler le poids de l'étalon avec une précision de  $\pm$  10 grammes. On a trouvé pour l'étalon de l'IRCC, un poids de 10,209kg $\pm$ 10g (incluant les pattes du chevalet). Par comparaison, le poids étalon utilisé par le laboratoire de Montpellier du CIRAD est de 10,000kg  $\pm$ 30g, et le poids du chevalet de 196,3g, soit un poids total étalon-chevalet de 10,226kg.

Pour étalonner le plastomètre de l'IRCC, on a décidé de prendre le poids étalon de l'IRCC et d'y rajouter 20g, soit un poids total de 10,229 kg.

On a observé l'incidence du poids de l'étalon sur la valeur digitale de la force d'étalonnage affichée par l'appareil sur la mesure de plasticité d'un même échantillon (tableau X) en annexe 4. En faisant varier le poids étalon, on change bien la plage d'étalonnage spécifiée par le constructeur. Il est possible de revenir, de baisser ou de monter la valeur de la plage étalon 45-55, en tournant une vis de réglage, soit dans le sens des aiguilles d'une montre pour baisser cette valeur, soit en sens inverse pour la monter. En faisant varier la valeur de la plage étalon entre 20 et 100, on a observé que l'incidence maximale sur la plasticité Wallace d'un même échantillon est de 0,5 à 1 point Wallace. Il y a peu de réactivité de l'étalonnage du plastomètre pour baisser la plasticité lue, ce qui est aussi confirmé pour l'échantillon de référence, un caoutchouc de Butyl. Par mesure de sécurité, on n'a pas cherché à trop augmenter la force de compression étalon pour éviter tout risque de panne du plastomètre.

On a mis en place un autre essai, en prenant un poids étalon constant de 10,229 kilogrammes, en se plaçant sur une plage étalon voisine de 20, 50 et 80, pour deux type de papier à cigarette de grammage différent, mais d'épaisseur constante. Les résultats de cet essai sont donnés au tableau XI en annexe 4. On ne peut baisser la plasticité que de 0,4 à 0,2 points Wallace ce qui est insignifiant. On n'a pas trouvé de différence sur l'échantillon témoin CIRAD, et on retrouve toujours un écart de 2 points, quelque soit la plage étalon, en utilisant le papier à cigarette de l'IRCC. Cet essai confirme les résultats du premier essai. L'incidence de l'étalonnage sur la plage étalon spécifié par le constructeur est faible et ne permet pas d'abaisser suffisamment la valeur de plasticité lue sur le plastomètre MKIV/P12 de l'IRCC.

### ***III. 2. 3.- Recommandations :***

Pour baisser de 1 point Wallace la plasticité mesurée, le seul moyen disponible actuellement pour l'IRCC est de changer le grammage de papier en utilisant le même papier cigarette TST que celui utilisé par le CIRAD.

Comme il y a toujours un risque de panne si on utilise une trop grande force d'étalonnage du plastomètre, en augmentant au delà d'un seuil acceptable la force de compression par le poids étalon, on a jugé préférable d'attendre l'arrivée des plastomètres Wallace MKV/P14 pour reprendre la comparaison entre les deux laboratoires sur le contrôle de la plasticité.

On suggère de mettre en place un protocole d'essai triangulaire en comparant le plastomètre MK IV/P12E avec chaque MKV/P14. M. Chhe Pitou a indiqué que le laboratoire de l'usine de Chup utilise des plastomètres anciens type MKIII. On a suggéré de mettre en place un essai comparatif avant la prochaine mission en février entre les 3 types de plastomètre, modèle MK III, IV, et V. M. Hun Kim San a indiqué qu'il peut se rendre au laboratoire de l'usine de Chup pour faire les mesures avec le plastomètre MKIII.

M. Chhe Pitou a compris la procédure d'étalonnage du plastomètre MKIV/P12E. On suggère que l'étalonnage du plastomètre soit vérifié avant toute utilisation de l'appareil.



### **III. 3.- Contrôle de la teneur en azote (ISO 1656)**

On a mis en place le protocole proposé dans le rapport de F. Bonfils donné en annexe 5. L'objectif principal est de remplacer comme catalyseur de minéralisation le Sélénium utilisé actuellement par l'opérateur de l'IRCC dont l'utilisation est considérée dangereuse pour la santé, par du sulfate de cuivre, sans danger et moins cher aussi.

Dans le cadre des essais interlaboratoires du mois de décembre, on a mis en place un essai comparatif sur le type de catalyseur de minéralisation. Les résultats sont donnés au tableau XII en annexe 5. Ils confirment que le sulfate de cuivre peut remplacer le sélénium.

On conseille au laboratoire de l'IRCC de remplacer le sélénium par du sulfate de cuivre pour la minéralisation du caoutchouc et non avec des pastilles de CT5 utilisées par le laboratoire du CIRAD qui utilise un appareil de minéralisation et de dosage de l'azote automatique. Ultérieurement si l'IRCC le souhaite, il serait souhaitable d'utiliser un appareil de dosage semi-automatique du type Bouat & Crouzet décrit dans le rapport de mission de juillet 2000.

### **III. 4. - Résultats des protocoles expérimentaux spécifiés dans le rapport de mission d'octobre 2000**

Lors de sa mission en octobre 2000, F. Bonfils a proposé la mise en place d'un protocole expérimental sur l'évolution de la plasticité initiale, du PRI et de la teneur en matières volatiles en fonction du nombre de passes au mélangeur et de la température d'homogénéisation. Cet essai n'a pas pu être conduit pendant la mission, mais les résultats ont été envoyés ultérieurement par l'IRCC. On donne au tableau XIII en annexe 6, les résultats trouvés par l'IRCC. On observe bien une différence significative de la température d'homogénéisation sur la plasticité Wallace initiale et sur la teneur en matières volatiles.

## **IV - COMPTE RENDU DE REUNIONS**

### **IV. 1.- Réunion avec le Directeur de l'IRCC, le Dr. Yin Song**

Le directeur de l'IRCC souhaite que le laboratoire de spécification de l'IRCC soit reconnu rapidement au plan national pour satisfaire la demande du Ministère de l'Agriculture et des sociétés de plantations. Ceci montre bien l'urgence pour l'IRCC de commencer dès juin 2001, les essais d'accréditation. Le Dr Yin Song souhaite que le CIRAD aide aussi l'IRCC pour l'établissement d'un certificat de spécification du caoutchouc cambodgien. On donne en annexe 7, des exemples de certificats de lots de caoutchouc naturel qui sont remis par des laboratoires d'usines de spécification du caoutchouc naturel.

Le technologue du CIRAD, S. Palu, a fait les recommandations suivantes à l'IRCC pour aider à la bonne marche du laboratoire :

#### ***IV.1.1 - Coordination des activités du laboratoire :***

On suggère aux responsables du laboratoire, M. Chhe Pitou et M. Hun Kim San de prendre les dispositions suivantes :

- organiser chaque semaine un planning de travail pour les laborantins ;



- progresser dans la traduction des procédures d'analyse en langue Khmer. Mlle Im Sopheary a remis une première version ;
- changer le système de codage de l'enregistrement des échantillons en utilisant une lettre et trois chiffres à partir de janvier 2001 ;
- nettoyer au moins 1 fois /semaine les cylindres du mélangeur avec un solvant ;
- calculer la moyenne et l'écart des résultats interlaboratoires pour chaque propriété et faire un graphique en définissant les limites de confiance de l'écart-type ;
- les deux responsables du laboratoire doivent commencer une formation en français avec l'Alliance Française, en demandant à M. LECONTE de les aider dans cette démarche.

#### ***IV.1.2 - Contrôle du poste impuretés :***

- ne pas laisser les petites plaques chauffantes sur le sol mais les placer sous une hotte ventilée pour les utiliser (par sécurité et pour de meilleures conditions de travail) ;
- éviter la surchauffe des solutions, pour cela contrôler la température et la noter sur une fiche toutes les 30 minutes. Un modèle de fiche a été proposé au tableau 9, annexe 3 .
- baisser le régulateur du thermostat si la  $T^{\circ}\text{C} > 135^{\circ}\text{C}$ , puis le remonter 5-10 minutes plus tard pour se placer toujours en-dessous de  $130^{\circ}\text{C}$  si nécessaire ;
- contrôler la fluidité du mélange pour juger si la filtration après un temps de chauffage égal ou supérieur à 2 h 30-3 heures ou plus se fait en 15-30 secondes. Pour évaluer la limpidité de la solution, si elle coule sous forme d'un filet, c'est que la dissolution est incomplète. Si le liquide coule avec un goutte-à-goutte rapide, il n'est pas nécessaire de chauffer davantage et on peut faire la filtration sur tamis, sans risque de trouver du gel ;
- continuer d'utiliser les seringues pour le lavage des impuretés sur les parois des erlenmeyers ;
- après séchage et pesée des filtres faire un examen OBLIGATOIRE des filtres à la loupe binoculaire. Noter en observation sur le cahier s'il y a de grosses impuretés ou s'il y a des traces de gel caractérisées par des plages jaunâtres nombreuses entre les mailles du tamis ;
- trouver les références techniques du kérosène utilisé et du Kempep 88 ;
- refaire un essai comparatif entre le kérosène et le White Spirit technique en utilisant les petites plaques de chauffage ;
- refaire les essais du protocole Kempep et Pepton 22 pour chaque petite plaque sur un même échantillon. On fera aussi une comparaison avec le peptisant utilisé au laboratoire de Chup ;
- passer commande pour un rouleau de tamis (Malaisie moins cher qu'en France).

#### ***IV.1.3 - Contrôle de la plasticité initiale :***

- récupérer les deux plastomètres Wallace MKV/P14 ;
- avant la mise en marche des plastomètres Wallace P14, vérifier l'installation de la prise de terre sur les régulateurs de tension utilisés pour tous les appareils électroniques ;
- faire des essais comparatifs entre le plastomètre MK IV/P12 et les 2 MK V /P14 ;
- contrôler la valeur de calibration avec le poids étalon + 20 g avant chaque utilisation jusqu'à fin décembre et ensuite une fois par semaine. Noter les valeurs trouvées et ajuster si nécessaire entre 45-55 ;

- pour les essais sur les échantillons interlaboratoires utiliser le papier TST du CIRAD pour limiter l'écart de 1 point entre l'IRCC et le CIRAD donc une meilleure exactitude après le test-t ;
- le plastomètre MKIV/P12 utilisé fonctionne anormalement et ne respecte pas le cycle de 20 minutes de pré-chauffage. M. PALU a contacté un technicien de Wallace. Ce défaut peut être dû à un mauvais fonctionnement du chauffage des plateaux. Wallace suggère de vérifier à nouveau la température des plateaux, ceci ayant été déjà fait lors de la mission de F. Bonfils.

#### ***IV.1.4 - Contrôle du poste sur l'indice d'azote :***

- on peut désormais remplacer le sélénium par le sulfate de cuivre ;
- acheter du sulfate de cuivre et non pas les pastilles CT5 pour la minéralisation du caoutchouc.

### **IV. 2. -Visite à l'ITC**

S. PALU a rendu visite à l'ITC et a rencontré M.Durand-Carrier et Mme Tea Channy. Les experts du CIRAD doivent encourager plus d'échanges entre le laboratoire de l'IRCC et l'ITC. Des étudiants formés à l'ITC sont responsables des laboratoires de contrôle du caoutchouc des usines de Chup et de Mimot. MM Chhe Pitou et Hun Kim San ont aussi été formés à l'ITC. Un étudiant de l'ITC, M. Kim Chandy est actuellement en formation à l'ISIM. Il commencera en février son stage de fin d'année au laboratoire du caoutchouc du CIRAD à Montpellier et se formera aussi dans le domaine de la spécification du caoutchouc naturel. Mme Tea Channy, professeur à l'ITC, viendra en formation pendant 3 mois au laboratoire du CIRAD à Montpellier. Lors de la prochaine mission de F.Bonfils, il devra réfléchir sur les relations entre l'IRCC et l'ITC pour aider à la formation des ingénieurs cambodgiens dans le domaine de la recherche en technologie du caoutchouc naturel et évaluer l'appui scientifique que l'ITC peut apporter à l'IRCC lorsque les missions des technologues du CIRAD s'arrêteront.

## V- CONCLUSION

L'aide à l'IRCC pour acquérir en 2001-2002 la reconnaissance internationale et nationale du laboratoire de spécification de l'Institut de Recherches sur le Caoutchouc au Cambodge se poursuit.

Le laboratoire de contrôle progresse sur le critère « précision », mais stagne sur le critère « exactitude ». Les résultats des essais interlaboratoires montrent qu'il y a encore des progrès à faire pour commencer dans de bonnes conditions une procédure d'accréditation par l'IRA. Sur les principaux tests de contrôle que doit faire un laboratoire de spécification du caoutchouc naturel, nos conclusions sont les suivantes :

- pour le contrôle sur les impuretés, les résultats sur le critère de précision se maintiennent depuis juin, mais il n'y a aucun progrès en exactitude ;
- pour le contrôle des cendres et des matières volatiles, la variation entre les deux laboratoires est normale mais il n' a aucun progrès en exactitude ;
- pour le contrôle de la plasticité Wallace, on obtient de meilleurs résultats sur le critère « précision » en novembre et décembre . L'arrivée des nouveaux plastomètres devrait aider à progresser en exactitude, les différences observées ayant été en partie expliquées par l'essai sur la texture/grammage du papier. Il serait bon de vérifier à nouveau la température des plateaux du plastomètre.

Des améliorations ont été apportées par les responsables du laboratoire de spécification, mais des progrès sont à faire pour améliorer le contrôle du travail des laborantins. Il faut encore améliorer la propreté générale du laboratoire pour donner une bonne impression d'ensemble aux visiteurs.

Pour le contrôle des impuretés, l'utilisation de petites plaques chauffantes devraient aider à mieux contrôler la température trop souvent proche du point d'ébullition du solvant et éviter ainsi la surchauffe des solutions. Il reste encore à vérifier les tamis pour contrôler la présence de gel qui fausse les résultats du contrôle sur les impuretés.

Pour le contrôle de l'azote, le sulfate de cuivre comme catalyseur de minéralisation peut remplacer le sélénium dont l'utilisation est jugé dangereuse.

Des améliorations sont encore possible pour la mesure du taux de cendres et des matières volatiles.

Pour le contrôle de la couleur, il y a peu à corriger et lors de son passage au laboratoire du CIRAD, Mme Tea Channy travaillera sur le contrôle couleur en utilisant plusieurs méthodes.

Les essais interlaboratoires entre l'IRCC et le CIRAD vont continuer sur une base mensuelle de janvier à juin 2001 afin de bien préparer le laboratoire de l'IRCC aux essais interlaboratoires internationaux.

La formation dans le domaine de l'interprétation statistique des résultats va continuer. F. Bonfils expliquera comment on peut interpréter les résultats interlaboratoires par la méthode de l'ellipse de YOUNG telle que l'utilise l'IRA dans le cadre du programme des essais interlaboratoires.

La formation scientifique et diplomante des deux responsables du laboratoire de l'IRCC, MM. Chhe Pitou et Hun Kim San devra être envisagée en 2002. Il faut définir la formation la mieux adaptée aux besoins de l'IRCC en fonction du niveau des candidats.

Les termes de références proposés pour la prochaine mission d'un expert technologique du CIRAD seront les suivants :

- faire l'évaluation statistique des essais interlaboratoires de décembre 2000, de janvier et mars 2001, et identifier les critères à améliorer ;
- confirmer les améliorations entrevues pour le contrôle des impuretés ;
- mettre en place des essais avec les nouveaux plastomètres Wallace MKV/P14 ;
- poursuivre la formation sur l'interprétation statistique des résultats par la méthode de l'éclipse de YOUNG ;
- évaluer les besoins futurs en formation pour l'IRCC avec l'aide de l'Ambassade de France ;
- réfléchir à la coopération scientifique et technique entre l'IRCC et l'ITC ;
- sensibiliser l'IRCC à la recherche à réaliser pour aider la filière hévéicole cambodgienne dans le domaine de la qualité du caoutchouc naturel.



## ABREVIATIONS

---

IRA	=	International Rubber Association
ITC	=	Institut Technologique du Cambodge
RRIM	=	Rubber Reseach Institute of Malaysia
ISIM	=	Institut des Sciences de l'Ingénieur des Matériaux
IRCC	=	Institut de Recherches sur le Caoutchouc au Cambodge
CIRAD	=	Centre de Coopération Internationale en Recherche Agronomique pour le Développement
DGPH	=	Délégation Générale des Plantations d'Hévéas
JPSMIE	=	Société Nouvelle d'Exploitation JPS/MIE

## **ANNEXES**

## **ANNEXE 1**

### **Chronologie de la mission, programme de travail**

### **CHRONOLOGIE DE LA MISSION**

Dimanche 3 décembre	: Départ Montpellier/Bordeaux
Lundi 4 décembre	: Arrivée Phnom Penh (19h30) Accueil par A. Leconte
Mardi 5 décembre	: Réunion avec le Dr Yin Song (Directeur de l'IRCC) Travail au laboratoire de l'IRCC
Mercredi 6 décembre	: Essais au laboratoire de l'IRCC. Visite à l'ITC et rencontre avec Mme Tea Channy et M. Durand-Carrier.
Jeudi 7 décembre	: Essais au laboratoire de l'IRCC
Vendredi 8 décembre	: Essais au laboratoire de l'IRCC
Samedi 9 décembre	: Essais au laboratoire de l'IRCC (matin)
Dimanche 10 décembre	: Rédaction du rapport de mission
Lundi 11 décembre	: Jour férié au Cambodge, rédaction du rapport de mission
Mardi 12 décembre	: Essais au laboratoire de l'IRCC
Mercredi 13 décembre	: Essais au laboratoire de l'IRCC.
Jeudi 14 décembre	: Réunion avec les responsables du laboratoire et le Directeur de l'IRCC Recommandations finales Départ de Phnom Penh (16h30) Arrivée Paris le 15 décembre



**TABLEAU I: PROGRAMME DE TRAVAIL - MISSION S. PALU A L'IRCC DU 4 AU 14 DECEMBRE 2000**

DATE	TYPES D'ACTIVITES
<b>Lundi 04/12</b>	Prise de contact avec l'IRCC
<b>Mardi 05/12</b> Matin  Après-midi	Réunion avec le Directeur de l'IRCC et les responsables du laboratoire Analyses des essais interlaboratoires de novembre-résultats protocole grammage papier cigarette IRCC/CIRAD Homogénéisation des échantillons interlaboratoires de décembre Planification des essais à mettre en place Début de rédaction de la procédure analyses en langue Khmère par Mlle Im Sotheary Contrôle du poids étalon de 10 kg pour le plastomètre à l'ITC Mise en solution des échantillons interlaboratoires A série 1/effet Pepton (CIRAD)-KEMPEP(IRCC)
<b>Mercredi 06/12</b> Matin Après-midi	Etalonnage du plastomètre Wallace Contrôle essai azote selon protocole avec sélénium ou sulfate de cuivre Contrôle cendres sur échantillons interlaboratoires
<b>Jeudi 07/12</b> Matin Après-midi	Contrôle essai azote selon protocole sélénium et sulfate de cuivre Etalonnage de la force de compression du plastomètre Wallace Essais plasticité sur un échantillon IRCC et échantillons interlaboratoires Analyse étude grammage du papier à cigarette
<b>Vendredi 08/12</b> Matin Après-midi	Filtration solutions impuretés, essai #1 peptisant et échantillons interlaboratoires sur petites plaques Contrôle plasticité après étalonnage du plastomètre à une valeur de 20 Contrôle azote, échantillon fonds de tasse
<b>Samedi 09/12</b>  Matin	Mise en solution des échantillons interlaboratoires B,D,E de décembre 2000 Analyses azote échantillons interlaboratoires B,D,E Analyse des résultats sur influence du peptisant, réunion avec les responsables du laboratoire IRCC Mise en solution échantillons interlaboratoires CIRAD avec Pepton 22
<b>Lundi 11/12</b> Matin Après-midi	Jour férié au Cambodge Analyse de résultats Rédaction de rapport de mission
<b>Mardi 12/12</b> Matin	Contrôle impuretés de échantillons interlaboratoires B,D,E et essai #2 sur effet du type de peptisant Contrôle plasticité après étalonnage du plastomètre à une valeur de 52 , reprise échantillons interlaboratoires Essai étalonnage du viscosimètre Mooney MIE
<b>Mercredi 13/12</b> Matin  Après-midi	Contrôle plasticité avec étalonnage du plastomètre à une valeur de 80 Analyse des résultats des essais sur le contrôle des impuretés Contrôle matières volatiles sur échantillons interlaboratoires B,D,E Réunion avec les responsables du laboratoire, résultats des essais interlaboratoires de decembre par l'IRCC
<b>Jeudi 14/12</b> Matin  Après-midi	Réunion avec le Directeur de l'IRCC et les responsables du laboratoire, recommandations Prévisions de protocoles à mettre en place ( effet homogénéisation,plastomètre,peptisant #3 Remise de la traduction de la procédure en langue Khmère par Mlle IM SOPHEARY Départ du Cambodge de M. Palu

## **ANNEXE 2**

### **Résultats interlaboratoires IRCC/CIRAD**

TABLEAU IV : ESSAIS INTERLABORATOIRES DE NOVEMBRE 2000

Références	#	IMPURETES		Ref	Po		P30		PRI		Ref	M. V.		Ref	Cendres		Ref	Couleur	
		IRCC	CIRAD		IRCC	CIRAD	IRCC	CIRAD	IRCC	CIRAD		IRCC	CIRAD		IRCC	CIRAD		IRCC	CIRAD
AA	1	0,012	0,013	CA	39	33,5	32	26	82	77,6	BA	0,34	0,36	GA	0,19	0,38	DA	8	7
	2	0,009	0,011		39	34,5	32,5	26,5	83,3	76,8		0,37	0,36		0,21	0,41		8	7
	3	0,009	0,008		38,5	34,9	32	27,5	83,1	78,8		0,38	0,37		0,2	0,41		8	7
	4	0,009	0,009		39	34	32	27	82	79,4									
	5	0,011	0,008		39	35	32,5	28	83,3	80									
AD	1	0,009	0,009	CD	39	36	31	27,5	79,5	76,4	BD	0,42	0,38	GD	0,39	0,42	DD	8	7
	2	0,008	0,009		38,5	35,5	31,5	28,5	81,8	80		0,41	0,38		0,4	0,43		8	7
	3	0,005	0,009		38	35	32	28	84,2	80		0,42	0,4		0,36	0,41		8	7
	4	0,004	0,01		39	35,5	32	28	82	78,9									
	5	0,008	0,007		39	35,5	33	29	84,6	81,7									
Moyenne		0,0084	0,0093		38,8	34,94	32,05	27,6	82,58	78,96		0,39	0,38		0,29	0,41		8	7
Ecart-type		0,0023	0,0016		0,332	0,723	0,522	0,860	1,383	1,551		0,032	0,015		0,101	0,017		0	0
Exactitude		OK			Pas OK		Pas OK		Pas OK			OK			Pas OK			OK	
Précision		OK			OK		OK		OK			Pas OK			Pas OK			OK	
AB	1	0,017	0,011	CB	32	30	17	7	53,1	23,3	BB	0,13	0,32	GB	0,25	0,5	DB	10	10
	2	0,014	0,009		32	29	16	6,5	50	22,4		0,14	0,33		0,25	0,48		10	10
	3	0,012	0,015		32	30	16	6,5	50	21,7		0,15	0,32		0,24	0,5		10	10
	4	0,015	0,015		32	30	15,5	6,5	48,4	21,7									
	5	0,013	0,014		31,5	29,5	15,5	7	49,2	23,7									
AE	1	0,01	0,015	CE	32	29,5	16	8	50	27,1	BE	0,18	0,31	GE	0,43	0,48	DE	10	10
	2	0,011	0,015		31,5	29,5	15	7,5	47,6	25,4		0,17	0,29		0,46	0,5		10	10
	3	0,012	0,018		32	30	15	7	46,8	23,3		0,17	0,3		0,44	0,49		10	10
	4	0,01	0,012		32,5	29	14,5	7,5	44,6	25,9									
	5	0,013	0,017		32	30	14	7,5	43,7	25									
Moyenne		0,0127	0,0141		31,95	29,65	15,45	7,1	48,34	23,95		0,16	0,31		0,35	0,49		10	10
Ecart-type		0,0021	0,0026		0,269	0,391	0,820	0,490	2,648	1,743		0,020	0,015		0,108	0,010		0	0
Exactitude		OK			Pas OK		Pas OK		Pas OK			Pas OK			Pas OK			OK	
Précision		OK			OK		Pas OK		Pas OK			Pas OK			Pas OK			OK	
Note		4			2		1		1			1			0			4	

TABLEAU V : ESSAIS INTERLABORATOIRES DE DECEMBRE 2000

Réf	#	Impuretés		Ref	Po		P30		PRI		#	Matières Vol		#	Azote		#	Cendres		#	Couleur	
		CIRAD	IRCC		CIRAD	IRCC	CIRAD	IRCC	CIRAD	IRCC		CIRAD	IRCC		CIRAD	IRCC		CIRAD	IRCC		CIRAD	IRCC
AA	1	0,017	0,020	CA	62,5	64,0	35,5	39	56,8	60,9	BA	0,20		HA	0,25	0,28	GA	0,39	0,35	DA	7	10
	2	0,019	0,024		61,0	63,0	35,0	39,5	57,4	62,7		0,22			0,27	0,29		0,41	0,35		8	10
	3	0,019	0,017		62,5	61,5	34,0	39	54,4	63,4		0,18			0,26	0,28		0,39	0,35		8	10
	4	0,020	0,010		62,0	63,0	35,5	38	57,3	60,3	BD	0,18	0,29	HD	0,27	0,41	GD	0,39	0,35	DD	8	10
	5	0,023	0,012		61,5	63,5	35,0	40,5	56,9	61,4		0,17	0,28		0,25	0,41		0,41	0,36		8	10
AD	1	0,02	0,019	CD	61,0	66,0	34,0	39	55,7	60,9		0,21			0,28	0,42		0,39	0,36		8	10
	2	0,018	0,010		60,5	64,0	33,5	40,1	55,4	62,2												
	3	0,023	0,010		62,0	64,5	34,0	40,5	54,8	63,3												
	4	0,019	0,015		61,0	64,0	35,5	40	58,2	62,8												
	5	0,023	0,014		61,5		36,0		58,5													
Moyenne		0,020	0,015		61,6	63,7	34,8	39,5	56,5	62,0		0,19	0,29		0,26	0,35		0,40	0,35		7,83	10,00
Ecart type		0,0022	0,0048		0,685	1,228	0,856	0,837	1,400	1,132		0,020	0,007		0,012	0,071		0,010	0,005		0,408	0,000
Exactitude		PAS OK			PAS OK		PAS OK		PAS OK						PAS OK			PAS OK			OK	
Precision		OK			PAS OK		PAS OK		OK			OK			PAS OK			OK			OK	
AB	1	0,023	0,015	CB	35,5	39,0	30,0	31,5	84,5	80,8	BB	0,31	0,48	HB	0,36	0,41	GB	0,29	0,26	DB	10	10
	2	0,023	0,023		36,5	39,0	30,0	32,0	82,2	82,1		0,30			0,36	0,41		0,29	0,29		10	10
	3	0,022	0,009		35,0	39,0	30,0	32,0	85,7	82,1		0,33			0,36	0,41		0,30	0,26		10	10
	4	0,019	0,014		35,5	39,0	30,5	32,0	85,9	82,1	BE	0,29	0,46	HE	0,36	0,28	GE	0,32	0,27	DE	10	12
	5	0,017	0,013		36,5	38,0	30,5	32,0	83,6	84,2		0,28	0,46		0,37	0,27		0,32	0,28		10	12
AE	1	0,019	0,011	CE	35,5	38,5	31,0	31,5	87,3	81,8		0,33			0,37	0,28		0,33	0,27		10	12
	2	0,019	0,008		36,5	37,5	30,0	32,0	82,2	85,3												
	3	0,020	0,016		36,0	38,5	30,0	33,0	83,3	85,7												
	4	0,016	0,01		35,5	39,0	30,0	31,0	84,5	79,5												
	5	0,019	0,01		35,5	38,5	30,0	32,0	84,5	83,1												
Moyenne		0,020	0,013		35,8	38,6	30,2	31,9	84,4	82,7		0,31	0,47		0,36	0,34		0,31	0,27		10,00	11,00
Ecart type		0,0024	0,0044		0,537	0,516	0,350	0,516	1,640	1,959		0,021	0,012		0,005	0,073		0,017	0,012		0,000	1,095
Exactitude		PAS OK			PAS OK		PAS OK		PAS OK						PAS OK			PAS OK			OK	
Précision		OK			OK		OK		OK			OK			PAS OK			OK			OK	
Note		2			1		1		2			2			0			2			4	



### **ANNEXE 3**

#### **Protocoles et résultats expérimentaux sur l'effet du type de peptisant**

**Protocole pour une étude comparative des deux peptisants  
KEMPEP 88 et PEPTON 22.**

L'étude sera réalisée sur un échantillon TSR 5 et sur un échantillon TSR 10.

L'objectif de cette étude sera dans un premier temps de trouver le temps de chauffe nécessaire pour avoir une filtration parfaite.

- 1) Mettre en solution dans le pétrole 20 prises d'essais pour l'échantillon de TSR5,
- 2) Introduire dans 10 erlen 1 g de pepton et dans les 10 autres 1 ml de KEMPEP 88,
- 3) Réaliser la procédure habituelle,
- 4) Filtrer au bout de 3 heures 5 erlens renfermant 1 g de pepton et 5 renfermant 1 ml de KEMPEP 88 en notant les erlens qui filtrent mal,
- 5) Filtrer au bout de 4 heures 5 erlens renfermant 1 g de pepton et 5 renfermant 1 ml de KEMPEP 88 en notant les erlens qui filtrent mal,

Si après la première répétition, 3 et 4 heures ne sont pas suffisant même avec 1 g de pepton, remplacer par 4 et 5 heures.

Répéter le protocole deux fois avec le TRS5 et 2 fois avec le TSR10.

**Tableau VI : EVOLUTION DES TEMPERATURES DES PETITES PLAQUES CHAUFFANTES**

Réf.	Plaque	T°C(10mi)	T°C(20mi)	T°C(30mi)	T°C(40mi)	T°C(50mi)	T°C(60mi)	T°C(70mi)	T°C(80mi)	T°C(90mi)	T°C(100mi)	T°C(120mi)	T°C(160mi)	T°C(180mi)
	<b>A</b>													
1	<b>Therm. 2 &amp; 3</b>	39	52	63	73	82	92	97	110	124	134	133	132	132
2		41	57	70	83	94	105	113	126	134	143	155	151	151
3		41	56	69	80	90	100	108	120	135	144	140	140	140
4		41	55	67	79	89	100	107	120	135	144	142	143	144
5		43	61	76	91	105	118	126	142	142	142	150	159	169
6		43	58	70	83	96	106	113	127	142	150	149	148	149
7		43	56	66	76	87	96	103	115	129	136	135	134	135
8		42	57	69	81	93	105	109	125	141	150	150	149	150
9		43	57	68	79	90	100	106	119	134	140	139	137	138
	<b>B</b>													
10	<b>Therm. 2</b>	47	59	81	90	103	109	114	117	121	123	125	128	130
11		51	66	93	104	120	124	133	135	139	141	143	146	148
12		53	67	91	101	114	119	126	127	130	132	134	136	139
13		49	62	86	97	114	118	127	129	134	136	138	142	145
14		53	72	100	114	136	138	150	151	151	159	162	165	167
15		52	66	90	100	117	119	129	130	134	136	138	142	145
16		52	66	88	98	113	116	123	124	128	130	132	134	137
17		54	70	96	107	124	127	134	137	141	143	146	149	150
18		51	62	82	90	104	106	113	114	117	119	120	123	125

**Tableau VII :**

**CONTROLE DES TEMPERATURES DE LA PLAQUE CHAUFFANTE  
ESSAIS COMPARATIFS ENTRE KEMPEP 88 ET PEPTON 22 (Essai N° 2)**

Ref #	Grande Plaque	T°C (0,5h)	T°C (1,0h)	T°C (1,5h)	T°C (2,0h)	T°C (2,5h)	Vitesse de filtration
1	à droite	38	112	140	134	130	20-25
1,1	à droite	38	110	124	122	136	30
2	à droite	38	106	124	124	132	22
2,1	à droite	44	104	122	120	128	30-40
3	à droite	66	124	126	124	134	-
3,1	à droite	70	120	124	118	126	25
4	à gauche	74	114	130	130	140	20
4,1	à gauche	78	124	132	126	138	25
5	à gauche	82	124	132	124	138	23
5,1	à gauche	78	120	138	134	132	24
6	à gauche	82	124	134	126	132	30
6,1	à gauche	86	118	124	124	132	-

**Tableau VIII : RESULTATS ESSAIS COMPARATIFS DE MISE EN SOLUTION  
KEMPEP 88 ET PEPTON 22**

Echantillons	Peptisant	Chauffage	% Impuretés	Observations
1	Pepton 22	3h.	0,013	pas de gel
1,1	Pepton 22	3h.	0,011	pas de gel
2	Pepton 22	3h.	0,013	pas de gel
2,1	Pepton 22	3h.	0,013	pas de gel
3	Pepton 22	3h.	0,015	pas de gel
3,1	Pepton 22	3h.	0,010	
	<b>Moyenne</b>		<b>0,0125</b>	
	<b>Ecart-type</b>		<b>0,0018</b>	
4	Kempep 88	3h.	0,009	pas de gel
4,1	Kempep 88	3h.	0,003	pas de gel
5	Kempep 88	3h.	0,007	pas de gel
5,1	Kempep 88	3h.	0,008	pas de gel
6	Kempep 88	3h.	0,008	pas de gel
6,1	Kempep 88	3h.	0,012	pas de gel
	<b>Moyenne</b>		<b>0,0078</b>	
	<b>Ecart-type</b>		<b>0,0029</b>	

#### F-Test Two-Sample for Variances

	Variable 1	Variable 2
Mean	0,0125	0,007833
Variance	3,1E-06	8,57E-06
Observations	6	6
df	5	5
<b>F</b>	<b>0,36187</b>	
P(F<=f) one-tail	0,144449	
<b>F Critical one-tail</b>	<b>0,19801</b>	

Variances inégales

#### t-Test: Two-Sample Assuming Unequal Variances

	Variable 1	Variable 2
Mean	0,0125	0,007833
Variance	3,1E-06	8,57E-06
Observations	6	6
Hypothesized Mean Difference	0	
df	8	
<b>t Stat</b>	<b>3,34664</b>	
P(T<=t) one-tail	0,005065	
t Critical one-tail	1,859548	
P(T<=t) two-tail	0,010131	
<b>t Critical two-tail</b>	<b>2,30601</b>	

Moyennes significativement différentes

## **ANNEXE 4**

### **Protocoles et résultats expérimentaux sur la plasticité**



**Protocole d'étude de l'influence sur la plasticité Wallace du « grammage » du papier à cigarette.**

- 1) A partir des paquets de papier à cigarettes de l'IRCC et du CIRAD, sélectionner :
  - 10 feuilles de papier de masse comprise entre 70 et 71 mg : Feuilles A,
  - 10 feuilles de papier de masse comprise entre 78 et 79 mg : Feuilles B.
- 2) Mesurer 20 fois la plasticité Wallace d'un même échantillon (type TSR5) en utilisant les feuilles sélectionnées. On alternera les feuilles de la série A et de la série B pour la mesure de la plasticité.
- 3) Déterminer les moyennes et écarts types pour chaque série, évaluer s'il y a une différence significative.
- 4) Répéter l'opération complète avec un TSR10.

**Tableau IX : COMPARAISON PAPIER TST IRCC ET CIRAD**

CSK5L	No	Po	
		IRCC (poids=77-79mg)	CIRAD(poids=71-73mg)
	1	45	43,5
	2	45	43
	3	46	44
	4	44	43,5
	5	45	43
	6	46	43
	7	44	44,5
	8	44	43
	9	43	43
	10	44	44
Moyenne		44,6	43,45
Ecart-type		0,917	0,522
Ecart moyen		1,15	
CSK10	No	Po	
		IRCC (poids=77-79mg)	CIRAD(poids=71-73mg)
	1	45,5	45
	2	46,5	44
	3	45	44
	4	46	43
	5	47	44
	6	47	45
	7	45	46
	8	45	45,5
	9	46	44,5
	10	45	45
Moyenne		45,8	44,6
Ecart-type		0,823	0,876
Ecart moyen		1,2	

**Tableau X : INFLUENCE DU POIDS / FORCE DE COMPRESSION ETALONNEE SUR LA VALEUR DE PLASTICITE LUE**

Poids ou force Appliquée (Kg)	Valeur étalonnage lue (1)	Plasticité Po sur échantillon TSR	Plasticité Po sur échantillon Butyl (3)
10,209 (poids +support)	100	-	-
	40	47	41,5
	33	45	41
	26	48	42
10,309 (poids +100g)	38		40
	26,5		
10,359 (poids +150g)	55		40
	40,5	46	40
	38		
10,409 (poids +200g)	48	46	41
10,209	45	46,5	40,5
	37	46	41,5
	30	45	
	23,5	45	40,5
10,209	22	Echantillon CIRAD (2)	
	31,5	31-31,5	
	43	32-31	
	67	32-31,5	
		32,5-32	
	46	31,5-31,5-32	41

(1) Wallace recommande valeur entre 45-55 pour un bon étalonnage

(2) valeur Po échantillon CIRAD= 30

(3) valeur Po échantillon Butyl au CIRAD= 37

**Tableau XI : INFLUENCE DE LA FORCE D'ETALONNAGE DU PLASTOMETRE SUR LA LECTURE DE LA PLASTICITE**

Ref #	Etalonnage plage 21			Etalonnage plage 52			Etalonnage plage 83		
	TST/IRCC	TST/CIRAD	Ecart	TST/IRCC	Ecart	TST/CIRAD	TST/IRCC	Ecart	TST/CIRAD
1	46	44	2	46	-0,5	46,5	47	1	46
2	47	44,5	2,5	47	2	45	47,5	3,5	44
3	45	45,5	-0,5	46,5	1	45,5	46	1	45
4	45	45	0	46	1	45	47	2	45
5	46	45	1	47	2,5	44,5	46	1	45
6	45,5	46	2,5	46	2	44	45,5	1,5	44
7	46,5	45	0,5	46	2	44	45	1	44
8	46	44	1	47	2	45	45	1	44
9	45,5	43	1,5	46	1	45	45,5	0,5	45
10	47	44,5	4	46	2	44	47	3	44
Moyenne	45,95	1,000	1,45	46,35	1,5	44,85	46,15	1,55	44,6
Ecart-type	0,725		1,343	0,474	0,882	0,784	0,914	0,985	0,699
Contrôle CIRAD				31/31/32.5/32			32/32/32		

Contrôle CIRAD mesuré à Montpellier, plasticité Wallace  
initiale,  $P_o=30$

TST/IRCC			
	Etalonnage 20	Etalonnage 52	Etalonnage 83
	45,95	46,35	46,15
Ecart 20-52	-0,40		
Ecart 20-83	-0,20		
Ecart 52-83		0,20	

TST/CIRAD			
	Etalonnage 20	Etalonnage 52	Etalonnage 83
	44,5	44,85	44,6
Ecart 20-52	-0,35		
Ecart 20-83	-0,10		
Ecart 52-83		0,25	

Conclusion: un étalonnage à la valeur lue de 20 au plastomètre Wallace permet de baisser la plasticité  
Wallace lue de 0,5 point Wallace

## PLASTOMETRE WALLACE

Les opérations de calibration sont décrites dans un programme interne à la machine dont le déroulement des séquences n'est pas modifiable. Il convient donc de suivre, pas à pas, les indications fournies par la machine sur l'écran de visualisation.

Avant toute chose on vérifiera la position de l'appareil grâce au niveau à bulle.

Les plateaux étant en position ouverte, mettre la machine sous tension (ON) et suivre les instructions sur l'écran. La fermeture des plateaux signifie qu'un essai a démarré.

Lors de la mise sous tension de l'appareil à froid, il est nécessaire d'attendre environ 20 minutes pour que la température des plateaux se stabilise à la température de travail (100°C). Toutefois ce temps de décompte est la seule opération que l'on peut sauter en pressant une touche quelconque de l'imprimante.

Il peut arriver lors de la mise sous tension que le plateau inférieur se mette à osciller. S'il s'arrête en position haute, il faut alors presser le bouton poussoir noir situé à l'arrière de l'appareil, afin de ramener le plateau à sa position basse initiale.

### I/- AJUSTEMENT DE L'INTERVALLE ECHANTILLON

#### a/ - Principe

Mettre les plateaux en position ouverte et placer entre eux la cale de 1 mm et 2 demi-feuilles de papier à cigarette. Mettre les plateaux en position fermée. Lorsque le voyant "time2" s'allume, ajuster la distance entre les plateaux en agissant sur le bouton situé sur le pont. Tourner la vis dans le sens indiqué par l'afficheur. Pour un bon réglage, l'affichage doit indiquer "OK". La calibration de la hauteur est terminée. Lever le pont et enlever uniquement la cale de 1 mm en laissant les 2 demi-feuilles de papier. Abaisser le pont et attendre le réglage du zéro. L'affichage de « READY » indique que l'appareil est prêt.

#### b/ - Procédure

Il faut suivre les instructions affichées à l'écran :

- Use enter key to step through procedure :
- **Follow calibration instructions exactly :**
- **Open bridge and remove any sample :**
- **Rotate zero adjuster approx. 1/4 anti clockwise :**
- **Ensure the bottom platen is down :**
- **Insert 2 layers paper and 1.00 shim :**
- **Close bridge :**
- Zero clockwise :

Ä « enter »

Ä « enter »

Ä « enter »

Ä « enter »

Ä « enter »

Ä « enter »

Ä « enter »

Ä tourner la vis jusqu'à obtenir le message suivant :

- **Zero anti-clockwise :**

Ä tourner la vis dans le sens inverse des aiguilles d'une montre jusqu'à obtenir le message suivant :



- OK : Ä « enter »
- Open the bridge :
- Remove shim, leaving 2 layers of paper : Ä « enter »
- Close the bridge :
- Open the bridge :
- Remove paper : Ä « enter »
- Ready :

Si un message d'erreur apparaît tel que « *platen not down or full calibration required* », on doit éteindre et recommencer la procédure d'étalonnage.

## II/ - AJUSTEMENT DE L'HORIZONTALITE DES PLATEAUX :

Pour cet ajustement les 2 plateaux doivent être froids, les connexions chauffage des plateaux débranchées. Mettre l'appareil sous tension et suivre les instructions. On commencera par vérifier l'intervalle échantillon décrit au paragraphe I.

Découper un carré de papier carbone d'environ 13 millimètres de côté et le placer entre 2 demi-feuilles de papier à cigarette face carbone vers le haut. Placer ensuite l'ensemble entre les 2 plateaux. Fermer les plateaux. Appuyer sur le bouton noir situé derrière le plastomètre pour faire remonter le plateau du bas puis retirer les papiers en prenant soin de repérer leur position par rapport aux plateaux.

Si ceux-ci sont de niveau, le carbone imprime la papier du haut de façon uniforme.

Si ceux-ci ne sont pas de niveau ; il faut ajuster le plateau supérieur. Utiliser les 4 vis situées sur la face supérieure du pont. desserrer légèrement la vis la plus proche de la partie imprimée la plus dense et serrer la vis opposée à celle-ci.

Répéter l'opération jusqu'à obtenir une surface d'impression du papier uniforme. Une fois l'ajustement terminé, rebrancher les connexions de chauffage des plateaux.

### III/ - ETALONNAGE DE LA MESURE DE FORCE :

Mettre l'appareil hors tension et déconnecter le câble d'alimentation puis démonter le panneau arrière de l'afficheur (retirer les 2 vis). Reconnecter le câble d'alimentation secteur. Mettre l'appareil sous tension et suivre les instructions décrites au paragraphe 1 jusqu'à faire apparaître le mot « Ready ».

Placer le support du poids étalon en s'assurant qu'il reste bien en contact avec le pourtour du nez supportant le plateau inférieur et qu'il n'est pas en contact avec le pont. Fermer partiellement les plateaux.

Placer le poids étalon sur son support puis fermer les plateaux . Au départ de la seconde période, basculer l'interrupteur CALIBRATION, situé sur la deuxième carte électronique, vers la gauche dans le sens de la flèche. Dans ces conditions, l'affichage doit donner une valeur comprise entre 45 et 55. Au bout de 15 secondes, remettre l'interrupteur de calibration dans sa position initiale.

Si les valeurs affichées n'entrent pas dans la plage indiquée ci-dessus, démonter le panneau arrière inférieur sans débrancher l'appareil. Agir sur le poids à l'aide d'une clé hexagonale de 6 mm, le pont étant en position haute- l'afficheur indiquant « Ready » - en dévissant pour diminuer la valeur indiquée et en revissant pour l'augmenter. Puis fermer les plateaux et refaire la calibration. Si le chiffre indiqué ne correspond pas à la valeur référence ( 45 - 55) il faut recommencer. Une fois la calibration terminée, enlever le poids étalon ainsi que son support.

Le poids utilisé pour la calibration ne doit pas excéder une force de 98.0665 N. Compte tenu des variations locales de g le poids doit être étalonné sur le site d'exploitation de l'appareil. 98.0665 N représente 10 Kgf, lorsque le support est ajouté la force exercée est de 100 N.

#### **IV/ - VERIFICATION DE LA TEMPERATURE :**

##### **a / Principe**

Chaque plateau est constitué de 2 résistances électriques chauffantes (25W - 110V). La mesure de température est assurée par des thermistances à coefficient de température négatif.

Chaque plateau dispose de son propre circuit de régulation en température situé sur la carte inférieure de l'afficheur.

Les plateaux sont protégés d'une éventuelle surchauffe par des circuits indépendant de la régulation. En cas de surchauffe le chauffage est automatiquement arrêter.

Pour permettre la reprise du chauffage, il faut alors initialiser l'appareil en la mettant hors tension pendant au moins 2 secondes.

##### **b/ Méthodologie**

La température est vérifiée pour chaque plateau à l'aide :

- d'une sonde de température reliée à un boîtier de mesure,
- du support de thermocouple livré avec l'appareil.

Démonter le panneau arrière et laisser chauffer pendant 1 heure, le pont étant fermé.

Ouvrir le pont,

Placer le support de thermocouple sur le plateau inférieur en vérifiant que les encoches du support soient placées dans les trous situés sur le pourtour du plateau,

Placer la sonde dans le support,

Amener les plateaux en position fermée sans verrouiller le levier,

Attendre que la température soit bien stabilisée. L'affichage doit indiquer  $100 \pm 0,2 \text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Si ce n'est pas le cas, ajuster la température en utilisant le potentiomètre référencé « TOP ».

Répéter la même opération pour le plateau inférieur en utilisant cette fois le potentiomètre référencé BOTTOM. Tourner dans le sens des aiguilles d'une montre pour augmenter la température et dans le sens inverse pour la diminuer (1/4 de tour représente  $1^{\circ}\text{C}$  après trois minutes de stabilisation).

## **ANNEXE 5**

### **Protocoles et résultats expérimentaux sur la minéralisation du caoutchouc**

**Protocole pour une étude comparative des deux systèmes de minéralisation pour le dosage de l'azote.**

Système 1 :

3 ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  + 2,5 g de  $\text{K}_2\text{SO}_4$  + 2 mg de sélénium

Système 2 :

3 ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  + 2,5 g de  $\text{K}_2\text{SO}_4$  + 15 mg de  $\text{CuSO}_4$

- 1) En suivant la procédure habituellement utilisée à l'IRCC, tester les 2 systèmes sur 3 échantillons (2 TSR5 et 1 TSR10) différents à raison de 5 répétitions par échantillon,
- 2) analyse statistique

TSR5 n°1

Répétition 1 : système 1  
 Répétition 2 : système 1  
 Répétition 3 : système 1  
 Répétition 4 : système 1  
 Répétition 5 : système 1

Répétition 1 : système 2  
 Répétition 2 : système 2  
 Répétition 3 : système 2  
 Répétition 4 : système 2  
 Répétition 5 : système 2

TSR5 n°2

Répétition 1 : système 1  
 Répétition 2 : système 1  
 Répétition 3 : système 1  
 Répétition 4 : système 1  
 Répétition 5 : système 1

Répétition 1 : système 2  
 Répétition 2 : système 2  
 Répétition 3 : système 2  
 Répétition 4 : système 2  
 Répétition 5 : système 2

TSR10 n°1

Répétition 1 : système 1  
 Répétition 2 : système 1  
 Répétition 3 : système 1  
 Répétition 4 : système 1  
 Répétition 5 : système 1

Répétition 1 : système 2  
 Répétition 2 : système 2  
 Répétition 3 : système 2  
 Répétition 4 : système 2  
 Répétition 5 : système 2

**Tableau XII : ESSAIS COMPARATIFS ENTRE LE SELENIUM ET LE SULFATE DE CUIVRE POUR LE TEST D'AZOTE**

Références	Sélénium	CuSO4
B1	0,36	0,43
B2	0,34	0,39
B3	0,39	0,48
B4	0,4	0,43
B5	0,44	0,36
<b>Moyenne</b>	<b>0,386</b>	<b>0,418</b>
<b>Ecart-type</b>	<b>0,038</b>	<b>0,045</b>
E1	0,38	0,32
E2	0,37	0,41
E3	0,4	0,41
E4	0,39	0,4
E5	0,44	0,46
<b>Moyenne</b>	<b>0,396</b>	<b>0,4</b>
<b>Ecart-type</b>	<b>0,027</b>	<b>0,050</b>
D1	0,26	0,29
D2	0,29	0,27
D3	0,3	0,27
D4	0,28	0,29
D5	0,28	0,3
<b>Moyenne</b>	<b>0,282</b>	<b>0,284</b>
<b>Ecart-type</b>	<b>0,015</b>	<b>0,013</b>

Variances égales  
Pas de différence  
significative

Variances égales  
Pas de différence  
significative

Variances égales  
Pas de différence  
significative

	Variable 1	Variable 2
Mean	0,396	0,4
Variance	0,00073	0,00255
Observations	5	5
Pooled Variance	0,00164	
Hypothesized Mean Difference	0	
df	8	
<b>t Stat</b>	<b>-0,15617</b>	
P(T<=t) two-tail	0,87976512	
<b>t Critical two-tail</b>	<b>2,306006</b>	

	Variable 1	Variable 2
Mean	0,282	0,284
Variance	0,00022	0,00018
Observations	5	5
Pooled Variance	0,0002	
Hypothesized Mean Difference	0	
df	8	
<b>t Stat</b>	<b>-0,22361</b>	
P(T<=t) two-tail	0,82866767	
<b>t Critical two-tail</b>	<b>2,306006</b>	

	Variable 1	Variable 2
Mean	0,386	0,418
Variance	0,00148	0,00207
Observations	5	5
Pooled Variance	0,001775	
Hypothesized Mean Difference	0	
df	8	
<b>t Stat</b>	<b>-1,20094</b>	
P(T<=t) two-tail	0,26412261	
<b>t Critical two-tail</b>	<b>2,306006</b>	



## **ANNEXE 6**

### **Protocoles et résultats expérimentaux de l'effet homogénéisation**

**Tableau XIII : EVOLUTION DE LA PO, DU PRI ET DES MATIERES VOLATILES EN FONCTION DU NOMBRE DE PASSES AU MELANGEUR ET DE LA TEMPERATURE D'HOMOGENEISATION**

- 1) Prélever 8 morceaux de 200 g dans une même balle de caoutchouc naturel de TSR5,
- 2) Homogénéiser 1 morceau 3 passes à 30°C, écartement=1.65+/-0.16
- 3) Homogénéiser 1 morceau 6 passes à 30°C, écartement=1.65+/-0.16
- 4) Homogénéiser 1 morceau 9 passes à 30°C, écartement=1.65+/-0.16
- 5) Homogénéiser 1 morceau 12 passes à 30°C, écartement=1.65+/-0.16
- 6) Homogénéiser 1 morceau 3 passes à 70°C, écartement=1.30+/-0.15
- 7) Homogénéiser 1 morceau 6 passes à 70°C, écartement=1.30+/-0.15
- 8) Homogénéiser 1 morceau 9 passes à 70°C, écartement=1.30+/-0.15
- 9) Homogénéiser 1 morceau 12 passes à 70°C, écartement=1.30+/-0.15
- 10) Prélever 30 g dans chaque morceau et préparer la feuille pour la mesure de la plasticité
- 11) Mesurer Po, P30 et PRI et MV.

CSK 5L Echantillons	Nombre de passes	Po		PRI		Matières Volatiles	
		30 oC	70 oC	30 oC	70 oC	30 oC	70 oC
1-A	3	52	50	94,2	96	0,30	0,30
1-B	3	52	51	94,2	94,1	0,30	0,28
1-C	3	52	49,5	92,3	97,9	0,29	0,29
<b>Moyenne</b>		<b>52</b>	<b>50,2</b>	<b>93,6</b>	<b>96</b>	<b>0,30</b>	<b>0,29</b>
<b>Ecart-type</b>		<b>0</b>	<b>0,76</b>	<b>1,10</b>	<b>1,9</b>	<b>0,01</b>	<b>0,01</b>
<b>CSK 5L</b>		Variances égales		Variances égales		Variances égales	
		Différence significative		Pas différence significative		Pas différence significative	
2-A	6	47	48,5	91,4	94,8	0,29	0,28
2-B	6	48,5	48	88,6	95,8	0,30	0,27
2-C	6	47	49	93,6	95,9	0,28	0,27
<b>Moyenne</b>		<b>47,5</b>	<b>48,5</b>	<b>91,2</b>	<b>95,5</b>	<b>0,29</b>	<b>0,27</b>
<b>Ecart-type</b>		<b>0,87</b>	<b>0,50</b>	<b>2,51</b>	<b>0,61</b>	<b>0,01</b>	<b>0,01</b>
<b>CSK 5L</b>		Variances inégales		Variances inégales		Variances égales	
		Pas différence signifi.		Pas différence significative		Pas différence significative.	
3-A	9	51	48	96	97,9	0,29	0,24
3-B	9	51,5	47	94,1	101	0,29	0,26
3-C	9	52	48	90,3	97,9	0,30	0,26
<b>Moyenne</b>		<b>51,50</b>	<b>47,67</b>	<b>93,47</b>	<b>98,93</b>	<b>0,29</b>	<b>0,25</b>
<b>Ecart-type</b>		<b>0,500</b>	<b>0,577</b>	<b>2,902</b>	<b>1,790</b>	<b>0,006</b>	<b>0,012</b>
<b>CSK 5L</b>		Variances inégales		Variances inégales		Variances inégales	
		Différence significative		Pas différence significative		Différence significative	
4-A	12	48	46	90	94,5	0,30	0,27
4-B	12	47	45,5	88,2	92,3	0,30	0,27
4-C	12	46,5	45	92,4	95,5	0,30	0,26
<b>Moyenne</b>		<b>47,17</b>	<b>45,50</b>	<b>90,20</b>	<b>94,10</b>	<b>0,30</b>	<b>0,27</b>
<b>Ecart-type</b>		<b>0,624</b>	<b>0,408</b>	<b>1,720</b>	<b>1,337</b>	<b>0</b>	<b>0,00471</b>
		Variances égales		Variances inégales		Variances égales	
		Différence significative		Pas différence significative		Différence significative	

## **ANNEXE 7**

**Certificats de spécification de lots de caoutchouc naturel  
Statistiques de production de caoutchouc naturel au Cambodge**

**Tableau XIV : RECAPITULATIF DE LA PRODUCTION DE CAOUTCHOUC**

<b>Production (en tonnes)</b>	<b>1993</b>	<b>1994</b>	<b>1995</b>	<b>1996</b>	<b>1997</b>	<b>1998</b>	<b>1999</b>
Chup	6 299	6 368	8 963	11 669	15 258	11 536	12 694
Krek	1 909	3 108	3 214	3 877	3 806	4 210	4 502
Peam Cheang	-	-	-	-	-	3 770	3 460
Memot	1 230	3 785	6 204	6 114	7 022	5 957	7 075
Snuol	182	510	2 151	3 149	3 016	2 606	3 208
Chamcar Andong	5 322	6 377	6 704	8 060	8 717	6 355	8 012
Boeng Ket	2 054	248	2 598	7 292	5 420	4 656	4 772
<b>TOTAL</b>	<b>16 996</b>	<b>20 396</b>	<b>29 834</b>	<b>40 161</b>	<b>43 239</b>	<b>39 090</b>	<b>43 723</b>

(In correspondence please quote Certificate Number and Date of Issue)



**This shipment consists of:**

(1) ..... production lots (Nos .....  
CV0315, CV0316 & CV0317

(2) and/or part of production lot No

**Producer**

**HOCK HIN (M) RUBBER CO., SDN. BHD.**

Quantity 9.6

Tonnes

Date tested 12/19/2000

No. of blocks 238

Type: REV SAC MEM

Certification Trade Mark



Testing for certification purposes is carried out in accordance with test methods described in SMR Bulletin No. 7 and/or procedures prescribed by RRIM.

Preparation of testpieces for compliance (arbitration) testing is carried out in accordance with procedures described in SNIR Bulletin No. 11.

ADDITIONAL TEST (NOT MANDATORY)

We certify that all the tests which we have carried out on the samples submitted to us are consistent with the description and the SMR grading stated at the top of this certificate.

14. 10. 2000

Date of issue

Officer-in-charge of laboratory

We, the producers of the above rubber, certify that the samples submitted are representative of Lot Nos 3440, 43, 43IVE and have been correctly taken in accordance with the procedures laid down in the SMR Scheme.

Shipping Marks  
C10769-3

MYR 100V60  
PRODUCE OF MALAYSIA  
100V60

Pallet No. 1/48

Contract No. 1007484

Destination ..

... Invoiced weight 57.600KG

11:05 PM - 11:30 PM

Date 17.10.2000





# THAI HUA RUBBER PUBLIC COMPANY LIMITED

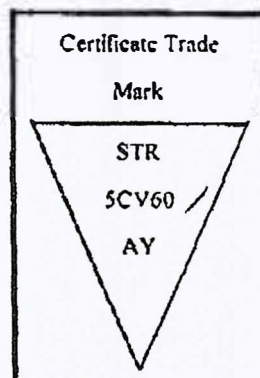
238/1 RATCHADA-PISEK ROAD, HUI-KWANG, BANGKOK 10320, THAILAND

TEL: (662) 274 0471-7 FAX: (662) 2740531, 2740231

Homepage: [www.thaihua.com](http://www.thaihua.com) e-mail: [thr@thaihua.com](mailto:thr@thaihua.com)

## TEST CERTIFICATE

LOT No : 176A-D, 177A-D, 178A-D, 179A-D  
QUANTITY : 20.16 TONNES  
DATE TESTED : 09-Oct-00  
CUSTOMER : SAFIC ALCAN & CIE  
INVOICE NO. : RC 1538/00  
CONTRACT NO. : 00 A 001465



Property	Test results of Lot No.							STR 5CV60 LIMIT
	176A-D	177A-D	178A-D	179A-D				
Dirt (retained on 44 aperture) %wt	0.01	0.02	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	0.04 max ✓
Ash %wt	0.19	0.19	0.20	0.18	0.00	0.00	0.00	✓ 0.60 max ✓
Volatile matter %wt	0.34	0.33	0.37	0.32	0.00	0.00	0.00	✓ 0.80 max ✓
Nitrogen %wt	0.46	0.46	0.45	0.48	0.00	0.00	0.00	✓ 0.60 max ✓
Initial Wallace Plasticity (Po)	31.00	34.00	32.00	34.00	0.00	0.00	0.00	
Range	30-34	32-36	30-34	32-36	0.00	0.00	0.00	
Plasticity Retention Index (PRI)	87.10	82.30	91.00	94.10	0.00	0.00	0.00	✓ 60.0 min ✓
Mooney viscosity ML (1'+4') 100 C	55.50	56.00	56.10	56.00	0.00	0.00	0.00	60(+5,-5) ✓

OCTOBER 14, 2000

DATE OF ISSUE

THAI HUA RUBBER PUBLIC COMPANY LIMITED

泰華橡膠股份有限公司

**TEST CERTIFICATE**

N<sup>o</sup> 1426/KCS/CCKP

Producer : DAU TIENG RUBBER CORPORATION Quantity : 20.16 tons.

Type of Rubber : BLOCK RUBBER Production lot Nos : 1270-1417-1418-1419-1421-1462-1463-1470

Pallet Nos : 1270A-1270B-1417A-1417B-1418A-1418B-1419A-1419B-

Pallet Nos : 1421A-1421B-1462A-1462B-1463A-1463B-1470A-1470B

Property	Mean test results of Lot N <sup>o</sup>								SVR 10 limit
	1270	1417	1418	1419	1421	1462	1463	1470	
Dirt (retained on 45 micron aperture) %wt	0.036	0.064	0.062	0.051	0.037	0.050	0.052	0.040	0.08 ✓ max
Ash %wt	0.390	0.501	0.396	0.428	0.480	0.512	0.442	0.431	0.75 ✓ max
Volatile matter % wt	0.37	0.37	0.36	0.38	0.39	0.36	0.38	0.36	0.80 ✓ max
Nitrogen %wt	0.28	0.28	0.25	0.26	0.27	0.26	0.25	0.26	0.60 ✓ max
Initial Wallace plasticity ( Po ) range	34	34	34	34	34	34	34	34	30 ✓ min
PRI (P <sub>30</sub> /P <sub>0</sub> ) x 100	71	71	72	73	74	74	73	76	50 ✓ min
Colour ( Loviboad scale)	-	-	-	-	-	-	-	-	-

All tests on the samples submitted are carried out according to Vietnamese Standard TCVN 3769-95 of which the test methods are equivalent to ISO - 2000.

Registered quality N<sup>o</sup> : III-5103-95.

ALCAN CONSIG LE GHORN

10/2000  
Date tested

The samples submitted are representative of the above mentioned lots and have been correctly taken in accordance with the procedures laid down in TCVN 3769 - 95.

Registered quality N<sup>o</sup> : III - 5103 - 95



17/11/2000  
Date of issue

17/04/2000

LÊ KHẮC NGỌC THIÊN  
Head of Quality Control Department

BMKCI



# Ghana Rubber Estates Limited

## CERTIFICATE OF ANALYSIS NO: COA/058/10/2000

CONTRACT No CT 130380  
CONTAINER MAEU 776908/3  
FACTORY :GREL  
TONNAGE 20180 kg

GRADE GH 10  
SEAL No 0033592  
DESTINATION  
MARKS ALCAN 110013

We certify to have analysed the pallets with the following No. in conformity with SMR norms.

PALLET No	PO	PR	MOONEY	VOL.MAT.	DIRT	ASH	NITROGEN
O02E105839UE	36	53	91	0.2	0.012	-	0.27
O02E105858UF	37	57	94	0.22	0.014	0.2	-
O02E105869UF	30	53	95	0.21	0.018	-	0.26
O01E105870UF	32	53	91	0.23	0.015	0.21	-
O01E105876UF	36	58	90	0.27	0.011	0.2	-
O02E105877UF	37	57	90	0.26	0.01	-	0.26
O02E105878UF	37	54	93	0.22	0.01	0.23	-
O02E305881UG	41	59	95	0.21	0.016	-	0.25
O02E305889UG	42	56	100	0.23	0.012	-	0.27
O02E305890UG	38	69	91	0.2	0.013	0.21	-
O01E305891UG	37	56	94	0.21	0.012	-	0.26
O02E305892UG	37	54	96	0.22	0.01	0.2	-
O02E305893UG	39	64	93	0.18	0.013	-	0.23
O01E305894UG	37	62	96	0.23	0.012	0.22	-
O02E305895UG	37	68	91	0.22	0.011	-	0.27
O01E305896UG	37	62	97	0.21	0.01	0.23	-
MEAN	36.9	57.8	93.6	0.22	0.012	0.21	0.26
STDEV	2.8	4.4	2.9	0.02	0.002	0.01	0.01

For the Specification Laboratory GHANA RUBBER ESTATES LIMITED

Date : 28-Oct-00

Signature :

GHANA RUBBER ESTATES LTD.

Laboratory

P. O. Box 228, Takoradi, Ghana Tel: 22577 \* 22578 \* 22079 Telex: 2656 GREL (GH) Fax: 233-031-22518 \* 23075  
BANKERS: BARCLAYS BANK OF GHANA LTD., HIGH STREET, TAKORADI



**TECHNICALLY SPECIFIED RUBBER**

**Sapele Integrated Industries Limited**  
**Quality Control Test Laboratory**  
**Sapele, Delta State, Nigeria**

Certification Trade Mark



Producer: **SAPLE INTEGRATED INDUSTRIES LIMITED DELTA STATE**  
 Quantity: **40,320 KG** Tonnes Date tested: **17/11/2000**  
 No. of pallet: **32 PALLETS** Type: **TSR**

Property	Mean test results of LOT NO				TSR 20 limit
	146	147			
Dirt (retained on 44 aperture) % wt	0.13	0.13			0.20
Ash % wt	0.39	0.40			1.00
Volatile matter % wt	0.19	0.20			0.80
Nitrogen % wt	0.35	0.34			0.60
Initial Wallace Plasticity (Po) range	39 37 - 41	39 36 - 40			Po ≥ 30
PRI (P30/Po) x 100	74 73 - 76	76 72 - 75			≥ 40

Tests by and for producers are carried out in accordance with the methods described in SMR Bulletin No. 7 on samples homogenised by six passes through cold rolls at room temperature, with the rolls set at a gap of 1.65mm

All tests for compliance shall be carried out according to ISO test methods

We certify that all the tests which we have carried out on the samples submitted to us are consistent with the description and the SMR grading stated at the top of this certificate.

27/11/2000

Date of issue

Officer-in-charge of laboratory

We, the producers of the above rubber, certify that the samples submitted are representative of Lot Nos. **146/147** and have been correctly taken in accordance with the procedures laid down in the SMR Scheme

Shipping Marks

**ALCAN****1049**

Pallet No:

**AS PER LIST ATTACHED**

Contract No.

**1049**Invoiced weight **40,320 KG**

Destination:

Producer:

**SAPLE INTEGRATED INDUSTRIES LIMITED**

Date:

**27/11/2000**

Signature

SPECIAL INSTRUCTION:-

**SAPLE INTEGRATED IND. LTD.**  
**CEEDI TOWER**  
**16, WHARF ROAD**  
**P.O. BOX 2151 MARINA LAKE**

**SAPLE INTEGRATED**  
**INDUSTRIES LIMITED**  
**SAPLE**